

⑮ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Patentschrift  
⑪ DE 37 11 281 C1

⑤① Int. Cl. 4:  
C03 B 37/012

⑳ Aktenzeichen: P 37 11 281.3-45  
㉑ Anmeldetag: 3. 4. 87  
㉒ Offenlegungstag: —  
㉓ Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 16. 6. 88

**Behördenelgentum**

DE 37 11 281 C1

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑦③ Patentinhaber:  
Heraeus Quarzschmelze GmbH, 6450 Hanau, DE  
  
⑦④ Vertreter:  
Heinen, G., Dipl.-Phys. Dr.phil.nat., Pat.-Anw., 6450  
Hanau

⑦② Erfinder:  
Kreutzer, Karl; Simmat, Fritz, 6460 Gelnhausen, DE;  
Steinkohl, Anton, 6466 Gründau, DE; Englisch,  
Wolfgang, Dr., 6233 Kelkheim, DE  
  
⑤⑥ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht gezogene Druckschriften:  
DE-PS 28 27 303

⑤④ Verfahren zum Verglasen eines porösen, aus Glasruß bestehenden Körpers und Ofen zu dessen Durchführung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Verglasen eines porösen, aus Glasruß bestehenden Körpers unter Vakuum oder einer Helium-haltigen Atmosphäre, insbesondere zur Herstellung einer Vorform für optische Fasern. Der Körper wird zunächst bei einer Temperatur im Bereich von 1250 bis 1400°C gesintert, danach in einem zweistufigen Verfahren verglast, wobei er in einem horizontal angeordneten Graphitrohr abrollt. Zur Durchführung des Verfahrens wird ein horizontaler Rollenofen verwendet.

DE 37 11 281 C1

## Patentansprüche

1. Verfahren zum Verglasen eines porösen, aus Glasruß bestehenden zylinderförmigen Körpers, insbesondere zur Herstellung einer Vorform zur Herstellung von optischen Fasern, bei dem der Körper unter Vakuum oder einer Helium-haltigen Atmosphäre in einem Ofen wärmebehandelt wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß der poröse Körper in ein horizontal angeordnetes Graphitrohr des Ofens eingebracht, in ihm während einer Zeitdauer von 20 bis 40 Minuten unter Vakuum oder Heliumatmosphäre unter vermindertem Druck bei 1250 bis 1400°C gesintert und anschließend verglast wird, wobei der gesinterte Körper unter Beibehaltung der Sinteratmosphäre in einer ersten Stufe unter langsamen Abrollen in dem heißen Graphitrohr während einer Dauer von 20 bis 40 Minuten bei etwa 1450 bis 1600°C und anschließend in einer zweiten Stufe unter schnellerem Abrollen als in der ersten Stufe in dem Graphitrohr während einer Dauer von 10 bis 30 Minuten bei etwa 1650 bis 1750°C wärmebehandelt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der gesinterte Körper in der ersten Stufe bei einer Drehgeschwindigkeit des Graphitrohres von etwa 1 bis 5 Umdrehungen pro Minute abgerollt wird.
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der gesinterte Körper in der zweiten Stufe bei einer Drehgeschwindigkeit des Graphitrohres von etwa 20 bis 40 Umdrehungen pro Minute abgerollt wird.
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß während des Sinterns im Ofen ein Vakuum im Bereich von  $10^{-1}$  bis 10 mbar oder eine Heliumatmosphäre mit einem Druck von 50 bis 200 mbar aufrechterhalten wird.
5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Körper ein Hohlzylinder verwendet wird, der einen voll- oder hohlzylindrischen Graphitkörper mit geringem Spiel umschließt.
6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß nach oder während der zweiten Stufe des Verglasens eine Inertgasatmosphäre mit einem über Normaldruck liegenden Druck erzeugt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß ein Inertgasdruck von 5 bis 100 bar aufrechterhalten wird.
8. Ofen zur Durchführung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 bis 7, der einen Anschluß zum Evakuieren seines Innenraumes und einen Stutzen zur Zuführung des Inertgases zum Innenraum aufweist, **dadurch gekennzeichnet**, daß er eine horizontal angeordnete Kammer aufweist, in der ein der Körper während der Wärmebehandlung aufnehmendes Graphitrohr horizontal und um seine Längsachse drehbar angeordnet ist, das elektrisch isoliert von einer elektrischen Heizspule umschlossen und mit einem Antriebsmotor verbunden ist.
9. Ofen nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen dem Graphitrohr und der Heizspule ein Rohr aus Quarzglas oder Quarzglas angeordnet ist.
10. Ofen nach den Ansprüchen 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen Graphitrohr und

dem Rohr aus Quarzglas eine aus Graphitfilz bestehende Wärmeisolationsschicht angeordnet ist.

11. Ofen nach den Ansprüchen 8 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Heizspule mit einem Mittelfrequenzgenerator verbunden ist.

12. Ofen nach den Ansprüchen 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Kammer doppelwandig ausgebildet und mit Zuführ- und Abführstutzen für ein Kühlmittel versehen ist.

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Verglasen eines porösen, aus Glasruß bestehenden zylinderförmigen Körpers, insbesondere zur Herstellung einer Vorform für optische Fasern und einen Ofen zur Durchführung des Verfahrens. Bei dem Verfahren wird der Körper unter Vakuum oder in einer Helium-haltigen Atmosphäre in einem Ofen wärmebehandelt. Unter Glasruß werden feine im wesentlichen aus Siliziumdioxid bestehende glasige Teilchen verstanden, die aus der Gasphase, beispielsweise nach dem Flammhydrolyse-Verfahren aus Siliziumtetrachlorid hergestellt, auf einem Träger abgeschieden werden, wobei gegebenenfalls mit dem Siliziumdioxid noch ein den Brechungsindex des Niederschlags veränderndes Dotiermittel, wie zum Beispiel Germaniumdioxid, gleichzeitig abgeschieden wird.

Verfahren der vorbeschriebenen Art sind beispielsweise aus der DE-PS 28 27 303 bekannt. Zur Konsolidierung des porösen hohlzylinderförmigen, aus Glasruß bestehenden Körpers wird der Körper an einem rohrförmigen Stützteil vertikal aufgehängt und mit einer vorgegebenen Geschwindigkeit von oben in die heiße Zone des Ofens vorgeschoben, so daß der Körper, beginnend von seinem freien Ende her, fortschreitend in Richtung zu seinem aufgehängten Ende hin zu einem dichten Glaskörper konsolidiert wird. Die Wärmebehandlung kann in verschiedenen bekannten Inertgasatmosphären, wie zum Beispiel Helium, Stickstoff, Argon oder Gemischen dieser Gase, durchgeführt werden. Dabei kann der axiale Kanal im Körper an eine Vakuumpumpe angeschlossen sein.

Bei dem bekannten Verfahren bleibt die Querschnittsform des zu einem dichten Glaskörper zu konsolidierenden Körpers erhalten; ist der Umfang dieses Querschnitts in einem bestimmten Bereich des Körpers unrund, beispielsweise oval, so bleibt diese Unrundheit beim Wärmebehandeln erhalten. Analoges gilt auch, wenn bei kreisförmigem Querschnitt die Querschnittsfläche, in Richtung der Achse des Körpers gesehen, zunimmt oder abnimmt.

Die Erfindung hat sich daher die Aufgabe gestellt, ein Verfahren zum Verglasen von porösen, aus Glasruß bestehenden zylinderförmigen Körpern bereitzustellen, bei dem unabhängig von der äußeren Kontur des Körpers vor dem Verglasen der Querschnitt des wärmebehandelten Körpers praktisch konstanten kreisförmigen Querschnitt aufweist.

Diese Aufgabe wird für das eingangs charakterisierte Verfahren erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß der poröse Körper in ein horizontal angeordnetes Graphitrohr des Ofens eingebracht, in ihm während einer Zeitdauer von 20 bis 40 Minuten unter Vakuum oder Heliumatmosphäre unter vermindertem Druck bei 1250 bis 1400°C gesintert und anschließend verglast wird, wobei der gesinterte Körper unter Beibehaltung der Sinteratmosphäre in einer ersten Stufe unter langsamem Abrol-

len in dem heißen Graphitrohr während einer Dauer von 20 bis 40 Minuten bei etwa 1450 bis 1600°C und anschließend in einer zweiten Stufe unter schnellerem Abrollen als in der ersten Stufe in dem Graphitrohr während einer Dauer von 10 bis 30 Minuten bei etwa 1650 bis 1750°C wärmebehandelt wird.

Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, den Körper in der ersten Stufe bei einer Drehgeschwindigkeit des Graphitrohres von etwa 1 bis 5 Umdrehungen pro Minute und in der zweiten Stufe bei einer Drehgeschwindigkeit des Graphitrohres von etwa 20 bis 40 Umdrehungen pro Minute abrollen zu lassen. Die den beiden Verglasungsstufen erfindungsgemäß vorgeschaltete Wärmebehandlung dient im wesentlichen dazu, den porösen Ausgangskörper so zu verfestigen, daß er, wie erfindungsgemäß angegeben, zweistufig verglast werden kann. Dadurch, daß der gesamte Körper sich auf den angegebenen Temperaturen befindet, werden Spannungen in seiner Längsrichtung vermieden, die zum Aufreißen des zylindrischen Körpers führen können. Durch das Abrollen des Körpers während der beiden Verglasungsstufen und seine horizontale Anordnung während der gesamten Wärmebehandlung findet kein Fließen des Quarzglases bzw. dotierten Quarzglases unter Einfluß der Schwerkraft statt, vielmehr werden Unregelmäßigkeiten der Außenkontur des Körpers durch das Abrollen ausgeglichen, so daß durch das erfindungsgemäße Verfahren verglaste Körper bereitgestellt werden, die über ihre gesamte Länge praktisch gleichen, konstanten kreisförmigen Querschnitt aufweisen, was besonders vorteilhaft ist, wenn die verglasten Körper als Vorformen für optische Fasern eingesetzt werden.

Es hat sich als zweckmäßig erwiesen, während des Sinterns im Ofen ein Vakuum im Bereich von  $10^{-1}$  bis 10 mbar oder eine Heliumatmosphäre mit einem Druck im Bereich von 50 bis 200 mbar aufrechtzuerhalten.

Während oder im Anschluß an die zweite Stufe des Verglasens hat es sich als vorteilhaft erwiesen, den Innenraum mit einem Inertgas, wie Stickstoff, Argon oder Helium oder einem Gemisch, aus wenigstens zweien dieser Gase zu fluten und einen Druck zu erzeugen, der über Normaldruck liegt, vorzugsweise im Bereich von 5 bis 100 bar. Hierdurch werden eventuell in dem heißen Körper noch vorhandene Blasen beseitigt oder vermindert.

Wird als zu verglasender Körper ein Hohlzylinder verwendet, so hat es sich als zweckmäßig erwiesen, in dem Hohlraum einen voll- oder hohlzylindrischen Graphitkörper mit geringem Spiel zur Innenwand des Körpers einzuordnen. Hierdurch wird eine sehr gleichmäßige Erwärmung des erfindungsgemäß zu behandelnden Körpers erzielt.

Nach Abkühlung des verglasten Körpers im Ofen wird er dem Ofenraum dann entnommen und der folgenden Weiterverarbeitungsstufe zugeführt.

In der Figur ist schematisch eine bevorzugte Ausführung eines Ofens zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens im Vertikalschnitt dargestellt, anhand derer ein Ausführungsbeispiel des Verfahrens beschrieben wird.

Der Ofen weist eine Kammer 1 auf, die gebildet wird aus dem hohlzylindrischen Mittelteil 1a, mit dem die beiden Stirnteile 1b, 1c über Flansche 2 verbunden sind. Der Ofen ist über das Stützgerüst 3 auf dem Erdboden abgestützt. Im Innenraum 4 ist das Graphitrohr 5 an jedem Ende drehbar jeweils an dem Lagerbock 6a, 6b mit Rollen 7a, 7b gelagert. Das eine Ende des Graphitrohres 5 ist mit dem Greifer 8 verbunden, der über die

vakuumdichte Drehdurchführung 9 mit dem Antriebsmotor 10 verbunden ist. Das Graphitrohr 5 ist von einem Rohr 11 aus Quarzglas umschlossen, auf dem die Heizspule 12 angeordnet ist, die ihrerseits über die Isolierdurchführung 13 mit dem Mittelfrequenzgenerator 14 verbunden ist. Die Heizspule 12 wird von einem Kühlmittel durchströmt, wobei die Strömungsrichtung durch Pfeile 27, 28 angedeutet ist. Zwischen dem Graphitrohr 5 und dem Rohr 11 ist die Wärmeisolationsschicht 15 aus Graphitfilz angeordnet. An den Anschluß 16 ist die Vakuumpumpe 17 angeflanscht; der Stutzen 18 mit Ventil 19 dient zur Zufuhr von Inertgas. Wie ersichtlich, ist die Kammer 1 insgesamt doppelwandig ausgebildet; jedes Kammerteil ist mit Zufuhrstutzen 20 und Abfuhrstutzen 21 für ein Kühlmittel versehen, dessen Strömungsrichtung durch Pfeile 22 angedeutet ist.

In dem Ofen wird das erfindungsgemäße Verfahren wie folgt durchgeführt: Nach Einbringen des porösen, im Ausführungsbeispiel hohlzylindrischen Körpers 23 aus Glasruß, in dessen Kanal ein Graphitstab 24 eingesetzt ist, in das Graphitrohr 5, in dessen einen Endbereich die Graphitfilzscheibe 25 zur Wärmeisolation eingebracht ist, wird in den gegenüberliegenden Endbereich die Scheibe 26 aus Graphitfilz eingebracht. Der Körper 23 besitzt einen Außendurchmesser von 200 mm, einen Innendurchmesser von 80 mm und eine Länge von 900 mm. Der Körper 23 ist sowohl außen als auch innen leicht konisch, wobei die Differenz zwischen dem kleinsten und größten Außendurchmesser 10 mm und die Differenz zwischen dem kleinsten und größten Innendurchmesser 5 mm beträgt. Nach Einschalten der Vakuumpumpe 17 und des Mittelfrequenzgenerators 14 wird nach Erreichen einer Temperatur von 1300°C der Körper 22 während einer Dauer von 40 Minuten bei Aufrechterhalten eines Druckes von 1 mbar im Innenraum 4 gesintert. Danach wird die Temperatur auf 1500°C erhöht und der Antriebsmotor 10 eingeschaltet und so geregelt, daß sich das Graphitrohr 5 mit einer Geschwindigkeit von 2 Umdrehungen pro Minute, wie durch Pfeile 29 angedeutet, dreht. Bei dieser Temperatur wird der Körper 23 während einer Dauer von 30 Minuten wärmebehandelt, wobei er auf der Innenwand des Graphitrohres 5 abrollt. Nach Ablauf dieser ersten Verglasungsstufe wird zur Durchführung der zweiten Verglasungsstufe die Temperatur auf 1720°C erhöht und der Antriebsmotor 10 so geregelt, daß das Graphitrohr 5 mit einer Geschwindigkeit von 25 Umdrehungen pro Minute umläuft. Die Dauer der zweiten Verglasungsstufe beträgt 20 Minuten. Anschließend wird die Vakuumpumpe 17 abgeschaltet und der Innenraum 4 über den Stutzen 18 mit Helium geflutet und ein Druck von 10 bar bei einer Temperatur von 1720°C während einer Dauer von 10 Minuten aufrechterhalten. Danach wird der Mittelfrequenzgenerator 14 abgeschaltet, und der verglaste Körper 23 verbleibt zum Abkühlen im Ofen 1, wobei die Rotation bis zum Erreichen einer Temperatur von 1200°C beibehalten wird, aus dem er dann nach Erreichen von Raumtemperatur entnommen wird. Bei dem so erfindungsgemäß wärmebehandelten Körper 23 hat sich nach seiner Entnahme aus dem Ofen gezeigt, daß die beim Körper 23 vor seiner Verglasung festgestellte Außen- und Innenkonizität praktisch auf einen vernachlässigbaren Wert vermindert wurde.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

- Leerseite -







